

100 μm 厚けい素鋼板の高方位集積化Preparing of Highly-Oriented 100 μm -Thick Silicon Steels

中野正基・石山和志*・荒井賢一*・福永博俊

長崎大学工学部電気情報工学科, 長崎市文教町 1-14 (〒852)

*東北大学電気通信研究所, 仙台市青葉区片平 2-1-1 (〒980-77)

M. Nakano, K. Ishiyama,* K. I. Arai,* and H. Fukunaga

Department of Electrical Engineering and Computer Science, Faculty of Engineering,
Nagasaki Univ., 1-4 Bunkyo-machi, Nagasaki 852*Research Institute of Electrical Communication, Tohoku Univ.,
2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-77

We propose a new method of preparing highly oriented silicon steel sheets with a thickness of 100 μm . Our new method consists of a three-step rolling process and a two-step intermediate annealing process. The final annealing to form a (110) [001] texture takes advantage of the surface energy. The magnetic induction at 800 A/m, B_8 is about 1.9 T, and the coercive force is less than 4 A/m.

Key words: thin silicon steel sheets, grain-oriented silicon steels, surface energy, (110)[001], texture, hot-band steels, tertiary recrystallization

1. はじめに

方向性けい素鋼板の鉄損を低減する手段として薄手化が有効であることはすでに知られている^{1)~3)}。しかしながら、インヒビタを用い粒界エネルギーによる(110)結晶粒成長を利用した市販の方向性けい素鋼板の作製法では、その板厚を150~160 μm 以下に低減することは困難であると言われている^{4), 5)}。これに対し、我々は熱延鋼板に適当な圧延ならびに熱処理を施す2回冷間法により、試料全面が(110)結晶粒で覆われた100 μm 厚けい素鋼板を作製できることを報告した⁶⁾。この方法の特徴は、最終組織である(110)結晶粒の成長の駆動力として主に表面エネルギー^{3), 6)}を利用する点である。しかしながら、2回冷間法により作製した試料の[001]方位集積度は、市販の高磁束密度方向性けい素鋼板のものに比べ著しく低いため、現在のところ板厚を薄くした程度には磁気特性の改善には至っていない。一方、市販の方向性けい素鋼板を作製するプロセスにおいて、圧延率の制御が[001]方位集積に強く影響する⁷⁾と報告されており、表面エネルギーを利用する本作製プロセスにおいても、圧延率の幅広い制御により、[001]方位の高集積化が期待される。

本報告は、2回冷間法の圧延条件をさらに幅広く制御した3回冷間法により、100 μm 厚方向性けい素鋼板の[001]高方位集積化を目指したものである。具体的には、3回冷間法を用い作製した試料の直流磁気特性および鉄損を評価するとともに、[001]方位の高集積化を実現できた原因について検討した。

2. 実験結果

本研究では、母材として厚さ2.0 mmの熱延鋼板を用いた。本研究では、表面エネルギーによる(110)結晶粒の優先的な成長を期待しているため、表面エネルギーによる(110)結晶粒の粒成長を阻害するCu⁸⁾ならびにインヒビタとして働くAlN⁹⁾、MnS^{10), 11)}を構成する元素などの含有を調べる必要がある。母材の化学成分は、すでに報告¹²⁾したように不純物量が極めて小さいことを確認している。

本実験では、100 μm 厚けい素鋼板は以下に示す3回冷間法により作製した。3回冷間法は2.0 mm厚の熱延鋼板を出発材料とし、100 μm 厚冷延板を作製する際に3回の圧延工程の途中に2回の中間熱処理を施した後、最終熱処理を施す工程である。本研究では、3回冷間法の1回目、2回目、3回目の圧延工程を区別するために、各圧延率をそれぞれ一次圧延率、二次圧延率、三次圧延率と定義する。さらに、本実験では既報⁶⁾の1回および2回冷間法を用い、同様に100 μm 厚けい素鋼板を作製した。

冷間圧延は、ワークロール径50 mmの2段圧延機ならびにワークロール径20 mmの4段圧延機を用い、いずれもロール面が無潤滑の状態ですべて圧延した。最終熱処理は赤外線集中加熱炉、中間熱処理は抵抗加熱炉を用いて行った。結晶粒径は光学顕微鏡により測定し、結晶面はエッチピット法により同定した。再結晶集合組織はX線回折法(Mo-K α)を用い、磁気特性は直流B-Hループトレーサおよび単板試験器を用い測定した。

3. 実験結果

3.1 高方位100 μm 厚方向性けい素鋼板の磁気特性

本節では、3回冷間法を用い作製した100 μm 厚けい素鋼板の直流磁気特性を調べ、既報の方法⁶⁾により作製した100 μm 厚けい素鋼板のものと比較、検討した。さらに、3回冷間法により作製した100 μm 厚方向性けい素鋼板の鉄損値も併せて評価した。

Fig. 1に3回冷間法を用い、数種類の圧延率の条件下で作製した100 μm 厚けい素鋼板の B_8 ならびに保磁力 H_c を示す。ただし、中間熱処理条件は既報⁶⁾の2回冷間法での最適条件である750°C, 1 hを用い、最終熱処理条件は1150°C, 1 hに統

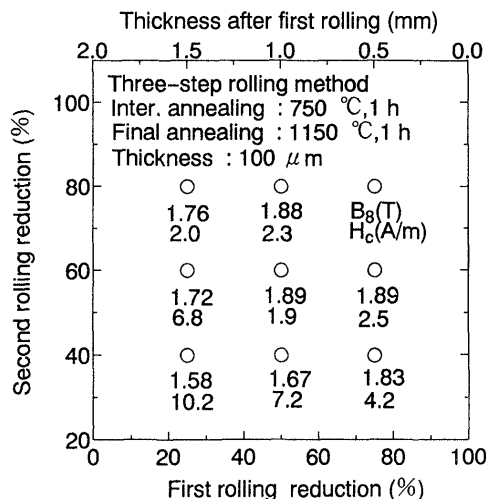


Fig. 1 Dependence of B_8 and H_c on the rolling reduction.

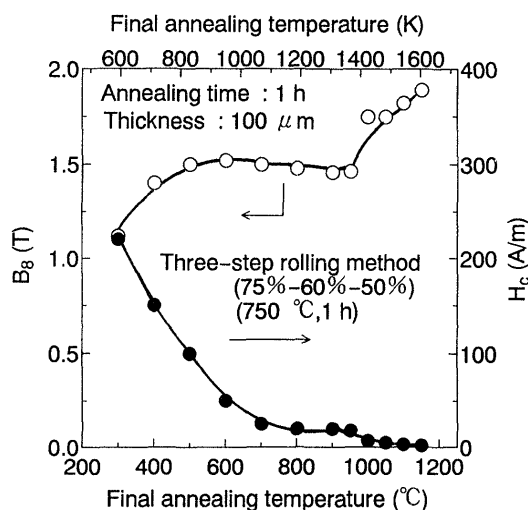


Fig. 2 Dependence of B_8 and H_c on the final annealing temperature.

一した。加えて、横軸は一次圧延率、縦軸は二次圧延率、三次圧延率は最終板厚が $100\ \mu\text{m}$ となるよう設定した。また、図に示す B_8 および H_c の値は4本の試料の平均値とした。3回の圧延率がすべて50%以上の条件を満たすとき、 B_8 が1.9 T程度、 H_c が4 A/m以下の値を有する $100\ \mu\text{m}$ 厚けい素鋼板を作製できることがわかる。

3回冷間法により作製した試料の磁気特性をさらに詳しく検討するために、この試料の磁気特性の熱処理温度依存性を調べた。結果を Fig. 2 に示す。ただし、各圧延率は一次圧延率を75%、二次圧延率を60%、三次圧延率を50%とし、最終熱処理の時間はすべて1 hに統一した。熱処理温度の上昇に伴い、 B_8 は増加し、保磁力は減少する。1000°C以上の熱処理温度における B_8 の上昇は、表面エネルギーを主な駆動力とする異常粒成長により(110)[001]組織が形成されたためと考えられる。加えて、1150°C、1 hの条件により熱処理した試料の B_8 は市販の方向性けい素鋼板とほぼ同程度の約1.9 Tまで達する。3回冷間法により作製した $100\ \mu\text{m}$ 厚試料の B_8 が既報⁶⁾の2回冷間法により作製した試料の値に比べ著しく改善され

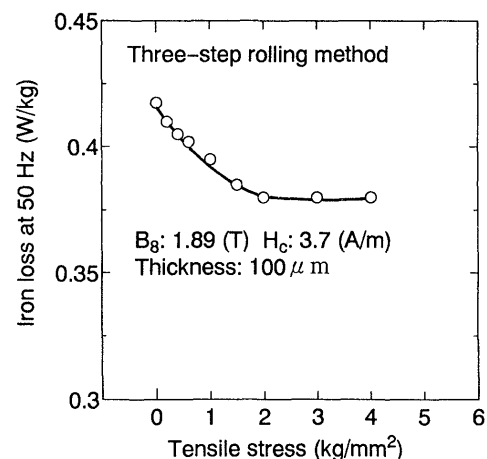


Fig. 3 Dependence of the iron loss on the tensile stress.

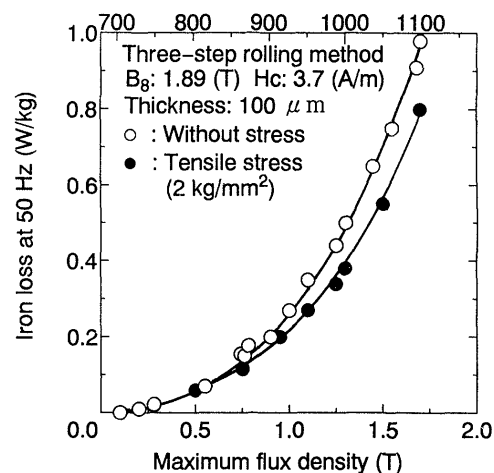


Fig. 4 Dependence of the iron loss on the maximum flux density.

た原因を検討するために、1150°C、1 hの条件により熱処理を施した試料の結晶粒組織を調べたところ、試料全面に(110)面が形成され、各結晶粒の[001]方位が平均 α 角として4.7°程度まで集積化されることを確認した。この値は、高磁束密度方向性珪素鋼板の平均 α 角3°¹³⁾に比べ劣るものの、2回冷間法により作製した試料の8.7°⁶⁾に対し著しく改善されたものとなっている。以上の結果より、市販の方向性けい素鋼板と同程度の方位集積を有する $100\ \mu\text{m}$ 厚方向性けい素鋼板が3回冷間法を用い作製できることが明らかとなった。

本実験ではさらに、 $100\ \mu\text{m}$ 厚方向性けい素鋼板の周波数50 Hzにおける鉄損値を評価した。ただし、鉄損の測定に際しては張力を印加した条件下についても併せて測定した。Fig. 3に鉄損値の印加張力依存性を示す。張力の増加に伴い鉄損値は減少するものの、2 kg/mm²以上の張力では鉄損はもはや減少しないことがわかる。そこで、本実験では印加張力を2 kg/mm²に固定し実験した。結果を Fig. 4 に示す。ただし、測定した直流磁気特性は B_8 が1.89 T、 H_c が3.7 A/mである。最大磁束密度の増加に伴い、その鉄損値が増加するものの、張力を印加することにより鉄損値の増加を抑制できることがわかった。2 kg/mm²の張力を印加した試料の最大磁束密度1.3 Tに

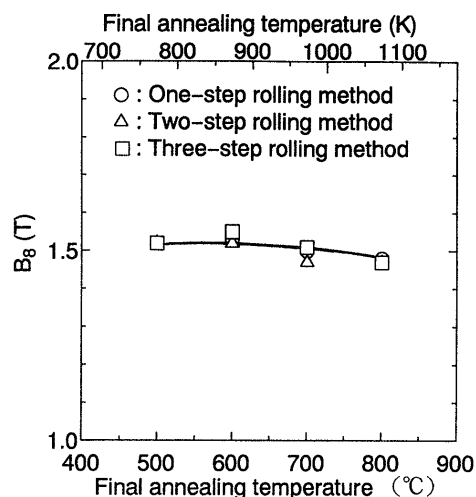


Fig. 5 Dependence of B_8 on the final annealing temperature.

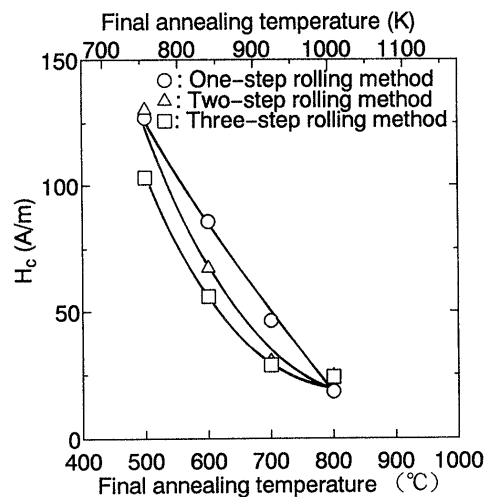


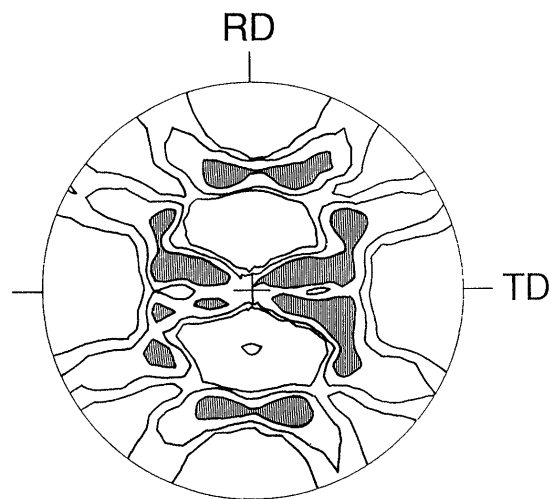
Fig. 6 Dependence of H_c on the final annealing temperature.

おける鉄損値 $W_{13/50}$ は 0.38 W/kg であり、市販されている高磁束密度方向性珪素鋼板 ($300 \mu\text{m}$ 厚、磁区細分化処理有り) に比べ約 35% 鉄損を低減できることが明らかとなった。

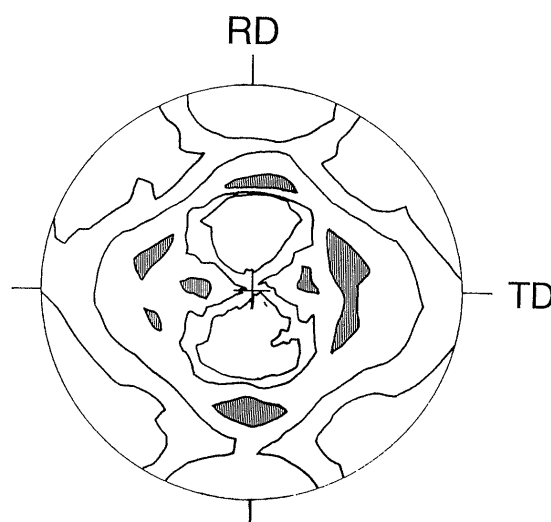
3.2 高方位 $100 \mu\text{m}$ 厚方向性けい素鋼板の一次再結晶組織

前節の結果より、3 回冷間法を用い優れた磁気特性を有する $100 \mu\text{m}$ 厚方向性けい素鋼板を作製できることがわかった。従来より、最終組織を形成する (110) 粒の成長の核は一次再結晶組織中に存在することが報告^{4), 5), 12)} されている。そこで、3 回冷間法により高方位の (110) [001] 組織が実現できた原因を検討するために、1 回、2 回、3 回の 3 種類の冷間法により作製した $100 \mu\text{m}$ 厚冷延板に適切な熱処理を施すことにより一次再結晶組織を形成し、その磁気特性および集合組織を調べた。

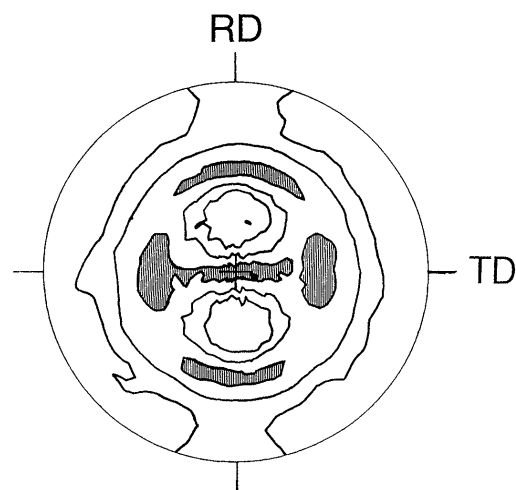
Fig. 5, 6 に各冷間法において一次再結晶組織が形成された $100 \mu\text{m}$ 試料の直流磁気特性を示す。熱処理温度が上昇しても B_8 は 1.5 T 程度の一定の値を示す。一方、熱処理温度の上昇に対する H_c の減少傾向は各冷間法により若干異なる。これは、各々の冷間法における最終圧延率すなわち $100 \mu\text{m}$ 厚冷延板を得るための圧延率が異なるため、歪みの影響により結晶粒



(a) One-step rolling method (95%)



(b) Two-step rolling method (85%-75%)



(c) Three-step rolling method (55%-77.7%-50%)

Fig. 7 (200) pole figures in primary recrystallization.

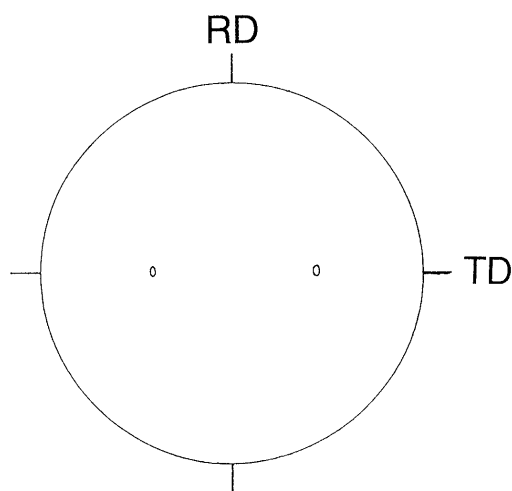


Fig. 8 (110) [001] pole figure in primary recrystallization.

径に違い^{6), 12), 14)}が生じ、この差異が保磁力に影響を及ぼしたためと考えられる。しかしながら、Fig. 5, 6の結果のみでは、各冷間法において最終組織の磁気特性が大きく異なる原因を明らかにすることは困難である。そこで、各々の冷間法を用い作製した100 μm 厚冷延板を700°C、1 hの条件により熱処理した試料の集合組織を(200)極点図を用い調べた。結果をFig. 7に示す。ただし、Fig. 7(a), (b), (c)はそれぞれ1, 2, 3回冷間法により作製した100 μm 厚試料である。加えて、Fig. 8に(110) [001]組織に対応する極点図を示す。1回および2回冷間法により作製したものに比べ、3回冷間法により作製した試料の一次再結晶組織中に強い(110) [001]組織が存在することがわかる。上述したように、最終組織を形成する(110)粒の成長の核は一次再結晶組織中に存在することより、3回冷間法が

100 μm 厚けい素鋼板を高方位化する上で有効な方法であることが明らかとなった。

ま と め

適当な圧延率および熱処理条件を用いた3回冷間法により、1.9 T程度の B_8 を有する高配向な100 μm 厚方向性けい素鋼板を作製できることが明らかとなった。

文 献

- 1) 藪本政男, 松尾征夫, 中山 正, 野沢忠生, 本間啓治, 志木隆一, 生田 孝: 日本応用磁気学会誌, **9**, 223 (1985).
- 2) K. Takeda and T. Yamaguchi: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-23**, 3233 (1987).
- 3) K. I. Arai and K. Ishiyama: *J. Appl. Phys.*, **64**, 5352 (1988).
- 4) 西池氏裕, 松村 治, 伊藤 庸: 日本応用磁気学会誌, **12**, 19 (1988).
- 5) 原勢二郎, 清水 亮, 高橋延幸: 日本金属学会誌, **54**, 381 (1990).
- 6) 中野正基, 石山和志, 荒井賢一, 福永博俊: 日本応用磁気学会誌, **20**, 445 (1996).
- 7) 今中拓一, 菅 孝宏, 小畑良夫, 佐藤 徹: 特許公報昭51-13469号.
- 8) 石山和志, 荒井賢一, 本田 崇, 中野正基: 日本金属学会誌, **57**, 114 (1993).
- 9) J. E. May and D. Turunbull: *Trans. Met. AIME*, **212**, 769 (1958).
- 10) S. Taguchi and A. Sakakura: *Acta Met.*, **14**, 405 (1996).
- 11) A. Sakakura and S. Taguchi: *Trans. Met. AIME*, **2**, 205 (1971).
- 12) 荒井賢一, 中野正基, 石山和志, 我妻成人, 姜 熙雨: 日本応用磁気学会誌, **19**, 433 (1995).
- 13) S. Taguchi, T. Yamamoto, and A. Sakakura: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-10**, 123 (1974).
- 14) 例えば 長島晋一: 集合組織 (丸善, 東京, 1984).

1996年10月16日受理, 1997年1月16日採録